УДК 547.56.001.4 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Газохроматографический метод определения компонентного состава дикрезола, трикрезола и ксиленолов

ГОСТ 20843.2—89

Coal tar phenol products.
Gas chromatographic method for determination of composition of dicresol, tricresol and xylenols

ОКСТУ 2409

Срок действия с 01.04.90
до 01.04.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения компонентного состава каменноугольных дикрезола, трикрезола и ксиленолов.

Метод заключается в газохроматографическом разделении продуктов на насадочной колонке и расчете массовой доли компонентов методом «внутренней нормализации».

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый аналитический с двойным пламенно-ионизационным детектором и непосредственным (без соединительных капилляров) подсоединением колонок к испарителю и детектору.

Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали внутренним диаметром 3 мм (2 шт.). Общая длина каждой колонки — 4 м. Для соединения секций (в любом наборе) используют переходники из запасных частей к хроматографу или специально изготовленные.

Микрошприц типа «Газохром» вместимостью 1 мм^3.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706 или электронный интегратор.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (100±10)°С.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Баня водяная.

Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147 вместимостью 100 или 250 $см^3$.

Неподвижная фаза — диментилфталат, изготовленный централизованно или в лабораторных условиях (см. приложение) и имеющий температуру плавления 130,5—134,5°С, удельное вращение— (—110).

Твердый носитель: хроматон N-AW-HMDS или хроматон N-AW-ГMDS с фракцией 0,16—0,20 или 0,20—0,25 мм.

Растворитель для неподвижной фазы — ксилол по ГОСТ 9949 или ГОСТ 9410.

Вещества для приготовления искусственной смеси:

фенол по ГОСТ 11311;

о-крезол по ГОСТ 11312;

м-крезол с массовой долей основного вещества не менее 98%;

п-крезол с температурой кристаллизации не менее 32,5°С.

Газ-носитель: азот газообразный по ГОСТ 9293 или гелий сжатый.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Воздух сжатый для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

Допускается применение аппаратуры и оборудования по классу точности и реактивов и твердых носителей по качеству не ниже указанных.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление сорбента

Неподвижную фазу, составляющую 10—15% массы носителя, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в избытке растворителя.

В полученный раствор при перемешивании добавляют твердый носитель. Растворитель удаляют кипячением на водяной бане. Затем полученный сорбент сушат в сушильном шкафу в течение 3 ч при температуре (100±10)°С.

2.2. Две хроматографические колонки заполняют сорбентом, устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детекторам, выдерживают в токе газа-носителя, повышая температуру от комнатной до 145°С, пока не установится стабильная нулевая линия в рабочих условиях измерения.

2.3. Монтаж, наладку и вывод хроматографа на режим по двухколоночной схеме работы проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1 Пробу отбирают микрошприцем, вводят в хроматограф и хроматографируют при условиях, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Параметр	Норма
1. Температура термостата, °С	140±1
2. Температура испарителя, °С	220±5
3. Температура детектора, °С	220±10
4. Скорость газа-носителя, $см^3$/мин	50—70
5. Скорость диаграммной ленты, мм/ч	200—240
6. Объем вводимой пробы, $мм^3$	0,2—0,4

Параметры чувствительности пламенно-ионизационного детектора подбирают экспериментально так, чтобы массовой доле компонента 1% соответствовал пик высотой не менее 10 мм (применяют переключение шкалы самописца на усилителе).

3.2. Порядок выхода основных компонентов фенольных продуктов и относительное время удерживания компонентов указаны в табл. 2.

Таблица 2

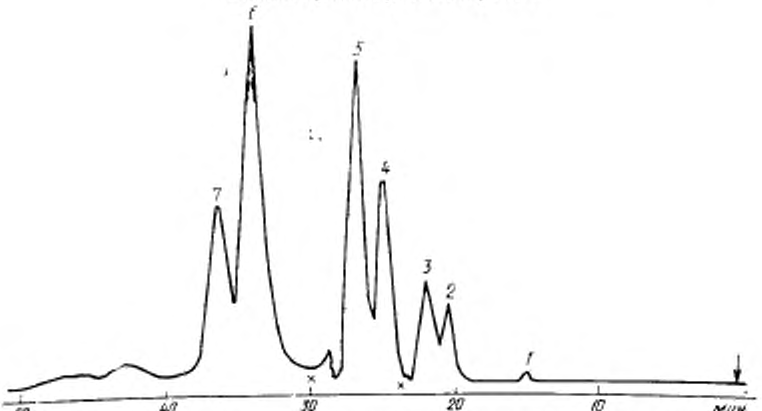
Наименование компонента	Относительное время удерживания	Наименование компонента	Относительное время удерживания
Фенол	1,0	2,5-Ксиленол	2,37
о-Крезол	1,36	2,4,6-Триметилфенол	2,46
2,6-Ксиленол	1,45	2,3-Ксиленол+	
п-Крезол	1,62	*п*-этилфенол	2,76
м-Крезол	1,74	3,5-Ксиленол+	
2,4-Ксиленол+		*м*-этилфенол	3,03
о-этилфенол	2,21	3,4-Ксиленол	3,34
		Неидентифицированные компоненты	3,64—6,40

3.3. Типовые хроматограммы дикрезола, трикрезола и ксиленолов представлены на черт. 1– 3.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Хроматограммы рассчитывают методом «внутренней нормализации» с применением электронного интегратора или вручную.

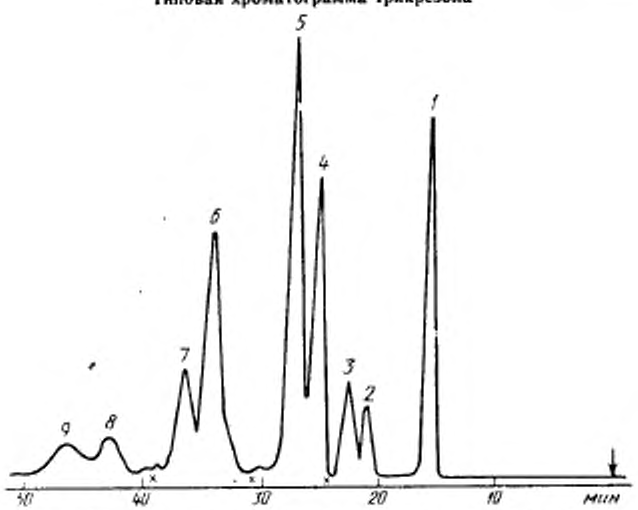
Типовая хроматограмма дикрезола



1—фенол; *2*—*о*-крезол; *3*—2,6-ксиленол; *4*—*п*-крезол; *5*—*м*-крезол; *6*—2,4-ксиленол+*о*-этилфенол; *7*—2,5-ксиленол; х—изменение чувствительности

Черт. 1

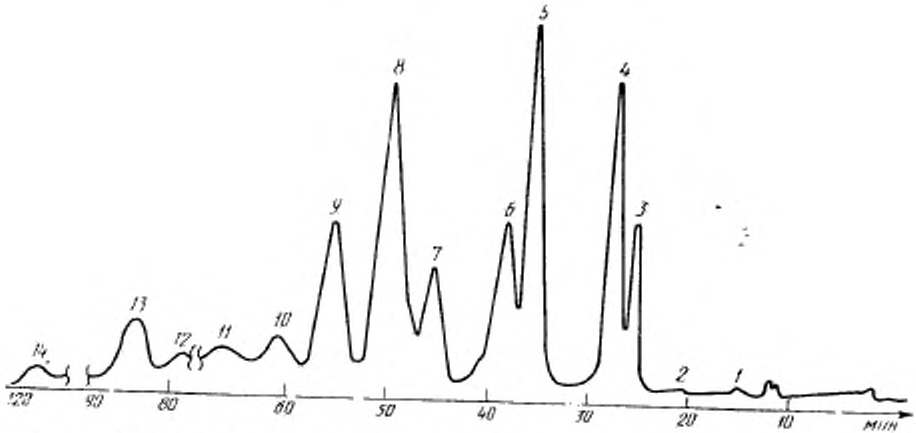
Типовая хроматограмма трикрезола



1—фенол; *2*—*о*-крезол; *3*—2,6-ксиленол; *4*—*п*-крезол; *5*—*м*-крезол; *6*—2,4-ксиленол+*о*-этилфенол; *7*—2,5-ксиленол; *8*—2,3-ксиленол+*п*-этилфенол; *9*—3,5-ксиленол+*м*-этилфенол; х—изменение чувствительности

Черт. 2

Типовая хроматограмма ксиленолов



1—фенол; *2*—о-крезол; *3*—*п*-крезол; *4*—м-крезол; *5*—2,4-ксиленол+о-этилфенол; *6*—2,5-ксиленол; *7*—2,3-ксиленол+*п*-этилфенол; *8*—3,5-ксиленол+*м*-этилфенол; *9*—3,4-ксиленол; *10—14*—неидентифицированные примеси

Черт. 3

Площадь пика каждого компонента (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot M_i,$$

где h_i — высота пика, мм;

b_i — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм;

M_i — масштаб записи сигнала пика.

4.2. Высоту пика измеряют линейкой, а ширину — измерительной лупой.

При неполном разделении за ширину пика принимают удвоенную полуширину, измеренную на половине высоты пика.

Степень разделения для *м-* и *п*-крезола R (ГОСТ 17567) должна быть не ниже 0,5.

4.3. Массовую долю каждого компонента (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot 100}{\Sigma S_i} K,$$

где S_i — площадь пика каждого компонента, мм²;

ΣS_i — сумма площадей пиков, мм²;

K — относительный градуировочный коэффициент (для определяемых компонентов $K=1$).

4.4. Для проверки правильности результатов анализа проводят хроматографирование искусственных смесей, близких по составу анализируемым продуктам. Готовят не менее трех искусственных смесей. Результат взвешивания каждого компонента записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Снимают не менее трех хроматограмм для каждой искусственной смеси, вычисляя массовую долю каждого компонента в соответствии с п. 4.3.

4.5. Для каждого компонента смеси за результат определения принимают среднее арифметическое результатов всех определений.

Относительную погрешность определения (Θ) в процентах вычисляют по формуле

$$\Theta = \frac{q_i - q}{q},$$

где q_i — массовая доля i-го компонента искусственной смеси, рассчитанная по хроматограмме, %;

q — массовая доля компонента в искусственной смеси, %.

4.6. Полученный результат определения считается правильным, если погрешность определения массовой доли компонентов менее 20% не превышает 10%, массовой доли 20—60% не превышает 5%.

4.7. Если погрешность определения превышает допускаемые значения, готовят новую искусственную смесь, повторяя процедуры хроматографирования и расчета.

Если погрешность определения, полученная с помощью новой искусственной смеси также превышает допускаемые значения, применяемый сорбент подлежит замене.

4.8. Проверка результатов анализа осуществляется периодически по плану при ежедневных определениях не реже одного раза в два месяца и вне плана в следующих случаях:

на вновь приготовленном сорбенте перед серийными определениями;

при степени разделения, близкой или равной 0,5;

при разногласиях в оценке результатов анализа.

4.9. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории, при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Продукт	Нормируемый компонент	Диапазон определяемых массовых долей, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Дикрезол	*м*-Крезол	40—60	1,5
Трикрезол	*м*-Крезол	20—60	1,5
	Фенол	6—15	1,0
	Фенол	16—40	1,5
	о-Крезол	0,5—1,5	0,3
		1,5—4,5	
Ксиленолы	2,4-Ксиленол	35—50	2,0
	3,5-Ксиленол+	25—35	1,5
	м-этилфенол	35—55	2,0
		55—75	3,0

4.10. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученными в разных лабораториях, не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Продукт	Нормируемый компонент	Диапазон определяемых массовых долей, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Дикрезол	*м*-Крезол	40—60	2,0
Трикрезол	*м*-Крезол	20—60	2,0
	Фенол	6—15	1,2
	Фенол	16—40	2,0
	о-Крезол	0,5—1,5	0,4
	о-Крезол	1,5—4,5	0,5
Ксиленолы	2,4-Ксиленол	35—50	2,5
	3,5-Ксиленол+	25—35	2,0
	м-этилфенол	35—55	2,5
		55—75	3,0

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПОЛУЧЕНИЕ ДИМЕНТИЛФТАЛАТА

Дименгиловый эфир фталевой кислоты (дименгилфталат) получают путем синтеза фталевого ангидрида и ментола.

Эмпирическая формула — $C_{28}H_{42}O_4$.

Молекулярная масса — 442,64.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Мешалка механическая с частотой вращения 100—120 об/мин.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (50±5)°С.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня глицериновая с электрообогревом, обеспечивающая температуру нагрева 110—150°С.

Установка для проведения синтеза: круглодонная колба с тремя горловинами по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см³, приемник-ловушка вместимостью 2 см³ с холодильником по ГОСТ 1594 и термометром с пределами измерений 0—150°С.

Установка для проведения очистки дименгилфталата:

стеклянная колонка высотой 150 мм, диаметром 30—40 мм с конической или плоскодонной колбой вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 25336;

колба круглодонная для перегонки вместимостью 1000 см³ с холодильником, алонжем и плоскодонной или конической колбой по ГОСТ 25336 вместимостью 50—100 см³;

колба с тубусом по ГОСТ 25336.

Установка для перекристаллизации дименгилфталата:

колба круглодонная с двумя горловинами по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³, холодильник по ГОСТ 25336 и термометр.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147 диаметром 65 мм.

Воронка лабораторная по ГОСТ 25336.

Колба плоскодонная или коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Цилиндр 1,3—100, 500 по ГОСТ 1770.

Ангидрид фталевый по ГОСТ 5869

Ментол натуральный фармакопейный кристаллический с температурой плавления 41—44°С.

п-Толуолсульфокислота, моногидрат.

Толуол по ГОСТ 9880 или ГОСТ 5789.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

Окись алюминия для хроматографии первой степени активации.

Уголь активный по ГОСТ 4453.

Фильтры бумажные и беззольные.

Допускается применение аппаратуры и оборудования, имеющих аналогичные метрологические характеристики, и реактивов по качеству не ниже указанных.

2. СИНТЕЗ ДИМЕНТИЛФТАЛАТА

2.1. В круглодонную колбу загружают 9,90 г фталевого ангидрида, 20,90 г ментола, 0,27 г *п*-толуолсульфокислоты и 268 см³ толуола. Колбу сутанавливают на бане, пропускают через холодильник воду, нагревают реакционую массу до кипения (110°С) и кипятят при этой температуре 140 ч.

В процессе синтеза получается около 260 см³ реакционной смеси и выделяется 0,7 см³ воды.

2.2 Очистка диментилфталата

В конец стеклянной колонки помещают ватный тампон и затем 50 г окиси алюминия. Через содержимое колонки пропускают 100 см³ толуола, а затем реакционную смесь, полученную в соответствии с п. 2.1.

После этого пропускают еще 400 см³ толуола и присоединяют его к основному раствору в приемнике.

Затем раствор из приемника переливают в перегонную колбу, устанавливают ее на баню, подают воду в холодильник, нагревают баню до температуры 130—140°С и отгоняют толуол. В конце отгонки смесь переливают в колбу с тубусом и подключают к системе вакуум.

После отгонки толуола должно получиться 20—21 г технического диментилфталата.

2.3. Первая ступень перекристаллизации

В круглодонную колбу с очищенным в соответствии с п. 2.2 диментилфталатом добавляют 58,6 см³ изопропилового спирта и 0,9 г активного угля. Колбу устанавливают на баню, подают воду в холодильник, содержимое колбы нагревают до кипения (120°С) и кипятят в течение 30 мин. Затем раствор отфильтровывают от угля на воронке Бюхнера через два бумажных фильтра.

Фильтрат охлаждают вначале на воздухе до температуры 20—30°С. Затем фильтрат с выпавшим осадком охлаждают в емкости со льдом до температуры 5—10°С.

Осадок диментилфталата фильтруют через бязевый фильтр и промывают 13 см³ изопропилового спирта, охлажденного до 5—10°С.

Продукт сушат в сушильном шкафу при температуре 50°С.

Масса диментилфталата после первой ступени перекристаллизации составляет 12—13 г.

2.4. Вторая ступень перекристаллизации

Вторую ступень перекристаллизации диментилфталата проводят в той же последовательности и на той же установке, но при этом берут полученный после первой ступени перекристаллизации диметилфталат, 62,5 см³ изопропилового спирта и 0,9 г активного угля.

Выход готового диментилфталата после второй ступени составляет 10—11 г.

3. ПРОВЕРКА КАЧЕСТВА ГОТОВОГО ДИМЕНТИЛФТАЛАТА

3.1. По физико-химическим показателям диментилфталат должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 5.

Таблица 5

Наименование показателя	Норма	Метод анализа
1. Внешний вид	Белый со слегка сероватым оттенком кристаллический порошок	Визуально
2. Температура плавления, °С	130,5—134,5	По ГОСТ 18995.4
3. Удельное вращение	минус 110	По п. 3.2

3.2. Определение удельного вращения

3.2.1. Удельное вращение диментилфталата измеряют в растворе хлороформа массовой концентрации диментилфталата 0,04 г/см³.

3.2.2. *Приборы и реактивы*

Сахариметр типа СУ-4 с пределами измерения от минус 40 до плюс 120°S. Кювета поляриметрическая длиной 1 дм.

Хлороформ фармакопейный с температурой кипения 59,5—62°С.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 25 или 50 см³.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

3.2.3. *Приготовление раствора диментилфталата*

1,000 г продукта растворяют в 25 см³ хлороформа. Готовят три раствора для параллельных определений.

3.2.4. Определение проводят в поляриметрической кювете в соответствии с инструкцией к прибору. Кювету с раствором препарата помещают в сахариметр и показания шкалы регистрируют 11 раз.

3.2.5. *Обработка результатов*

Удельное вращение [α] вычисляют по формуле

$$[\alpha] = \frac{\alpha_{изм}}{2{,}88 \cdot c \cdot l},$$

где $\alpha_{изм}$ — показание шкалы, °S;

2,88 — коэффициент перехода от шкалы сахарных градусов к угловым градусам;

c — концентрация раствора, г/см³;

l — длина кюветы, дм.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±10 при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Синтез диментилфталата проводят в вытяжном шкафу, соблюдая общие правила безопасной работы с химическими веществами и применяя индивидуальные средства защиты.

4.2. Все рабочие помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3. В рабочем помещении должны быть средства пожаротушения: асбестовое полотно, огнетушители типов ОХП и ОУ.

5. ХРАНЕНИЕ

5.1. Диментилфталат хранят в упакованном виде вдали от нагревательных приборов.

5.2. Срок хранения продукта — 1 год со дня изготовления.

5.3. По истечении срока хранения диментилфталат может быть использован при условии соответствия его качества требованиям, указанным в табл. 5.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Харькина, канд. техн. наук (руководитель темы); **В. Н. Затолокина; В. А. Фридман; Е. В. Тарахно**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.03.89 № 828

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20843—75 в части методики определения состава дикрезола, трикрезола и ксиленолов

4. Срок первой проверки — 1995 г.
Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 427—75	1
ГОСТ 1594—69	Приложение
ГОСТ 1770—74	Приложение
ГОСТ 3022—80	1
ГОСТ 4453—74	Приложение
ГОСТ 5789—78	Приложение
ГОСТ 5869—77	Приложение
ГОСТ 9147—80	1 и приложение
ГОСТ 9293—74	1
ГОСТ 9410—78	1
ГОСТ 9805—84	Приложение
ГОСТ 9880—76	Приложение
ГОСТ 9949—76	1
ГОСТ 11311—76	1
ГОСТ 11312—74	1
ГОСТ 17567—81	4.2
ГОСТ 18995.4—73	Приложение
ГОСТ 24104—88	1; приложение
ГОСТ 25336—82	1; приложение
ГОСТ 25706—83	1

gost.e-ecolog.ru